

L9: Entry 25 of 25

File: DWPI

Jan 19, 1980

DERWENT-ACC-NO: 1980-15480C
DERWENT-WEEK: 198009
COPYRIGHT 2007 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Triply sintered ceramic prods. for cutting tools - prepd. from alumina, titanium nitride and opt. titanium or tungsten carbide, and binder e.g. paraffin by shaping and sintering

PATENT-ASSIGNEE: NGK SPARK PLUG CO LTD (NITS)

PRIORITY-DATA: 1978JP-0080708 (July 3, 1978)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
<u>JP 55007579 A</u> ✓	January 19, 1980		000	
<u>JP 85022672 B</u>	June 3, 1985		000	

INT-CL (IPC): B23B 27/14; C04B 35/10

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 55007579A
BASIC-ABSTRACT:

The Al₂O₃ is at 60-95 vol %, the TiN at 5-40 vol% and the optional TiC, Wc, Mo₂C (sic) or TaC (sic) at 1-20 vol%. The first sintering is at 10-1 - 10-3 mmHg and <=1300 degrees C. The second is at 10-100 mm Hg and 1300-1800, pref. 1500-1700 degrees C. The atmos. at a lower temp. than the second.

The last sinter is carried out under hot hydrostatic pressure and gives crystalline granules of <2 um and a total void volume <0.2 vol%.

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 55007579A
EQUIVALENT-ABSTRACTS:

DERWENT-CLASS: L02 P54
CPI-CODES: L02-G08; L02-J02C;

Full	Title	Citation	Front	Review
------	-------	----------	-------	--------

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55—7579

⑬ Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和55年(1980)1月19日

C 04 B 35/10

7412—4G

// B 23 B 27/14

7173—3C

C 04 B 35/58

1 0 1

7412—4G

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑮ 切削工具用セラミック焼結体の製造方法

名古屋市瑞穂区高辻町14番18号

日本特殊陶業株式会社内

⑯ 特 願 昭53—80708

⑰ 出 願 人 日本特殊陶業株式会社

⑱ 出 願 昭53(1978)7月3日

名古屋市瑞穂区高辻町14番18号

⑲ 発 明 者 田中博

⑳ 代 理 人 弁理士 足立勉

明 細 書

1 発明の名称

切削工具用セラミック焼結体の製造方法

2 特許請求の範囲

1 Al_2O_3 と TiN を主成分とする原料粉末を成形し、次に不活性ガスが内部へ浸透しない程度にあらかじめ表面層を初期焼結し、その後熱間静水圧法によりさらに焼結して切削工具用セラミック焼結体を製造するに当り、

(a) 初期焼結を第1段階として温度 $1300^{\circ}C$ までを、圧力 $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-3}$ mm Hg で行ない、ひきつづき第2段階として不活性ガス中温度 $1300 \sim 1800^{\circ}C$ 、圧力 $10 \sim 100$ mm Hg で行ない、

(b) さらに熱間静水圧炉中圧力 $600 \sim 3000$ 気圧、上記第2段階の温度以下で焼結する、●ことを特徴とする切削工具用セラミック焼結体の製造方法。

2 原料粉末が、 Al_2O_3 と、TiN と、TiC 若しくは WC とを含有している特許請求の範囲第1項

記載の切削工具用セラミック焼結体の製造方法。

3 初期焼結の第2段階の温度が、 $1500 \sim 1700^{\circ}C$ である特許請求の範囲第1項又は第2項に記載の切削工具用セラミック焼結体の製造方法。

3 発明の詳細な説明

本発明は切削工具用セラミック焼結体の製造方法に関するものである。詳しくは熱間静水圧法(以下HIP法という)によるセラミック焼結体の製造方法の改良に関するものである。

Al_2O_3 —TiN系セラミックをホットプレスにより製造し切削工具用に用いることは公知である(特開昭50—89410)。

またホットプレスよりもHIPの方が、より緻密なセラミックが得られること及び大量に焼結できることもよく知られている。ところがHIP法では、成形された原料粉末の開放気孔を白金膜等で被う必要があったために、特公昭48—38762では、拡散性ガス中で初期焼結して開放気孔をなくすことが行われている。しかしながらこの方法で

は結晶粒が成長し Al_2O_3 の場合 5μ 程度となってしまう欠点があった。またTiNを原料中に含んでいるとTiNが分解して N_2 ガスを放出し、ガスが焼結体内部に閉じ込められ微細な気孔がHIP後の焼結体に残る欠点があった。このような欠点を有することはセラミック焼結体の強度が結晶粒径と残留気孔に依存し、高性能切削工具用としては結晶粒径 2μ 以下、残留気孔 0.2 容量%以下である必要があることを考慮するとき、耐摩耗性と靱性が要求される切削工具として致命的である。

そこで本発明者は、かかる従来の欠点を解消したHIP法につき鋭意検討の結果、初期焼結を2段階に分けて特定条件で行ない、さらに高圧下特定温度により焼結すれば良好な焼結体が得られることを見出し本発明を完成した。

すなわち本発明の目的は新規なHIP法によるセラミック焼結体の製造方法を提供することにある。この目的は、 Al_2O_3 とTiNを主成分とする原料粉末を成形し、次に不活性ガスが内部へ浸透しない程度にあらかじめ表面層を初期焼結し、その後、

$400\sim700^\circ C$ に保ち仮焼することによって除去しておくのがよい。

本発明では初期焼結を2段階に分けて行なうことを特徴とし、第1段階は温度 $300^\circ C$ まで、圧力 $1\times 10^{-1}\sim 1\times 10^{-3}$ mmHgで加熱する。この条件で加熱する理由はTiN、TiCなどに含まれている吸蔵ガスの放出が $150\sim 300^\circ C$ で生じ、これらのガスを完全に除去し気孔中を真空とするためである。なお圧力の下限は 1×10^{-4} mmHgより低くても勿論良いが、そのような真空状態を出現させることはコスト的に不利となるし、またその必要もない。第2段階は不活性ガス中温度 $300\sim 800^\circ C$ 、好ましくは $500\sim 700^\circ C$ 、圧力 $0\sim 100$ mmHgで加熱する。不活性ガス中行うのは、水素ガスは拡散速度が大きく結晶粒の成長を伴ない好ましくなく、窒素ガスは拡散性が小さ過ぎて不適であるからである。不活性ガスにはヘリウム、ネオン、アルゴンなどがあるが、コストの点でアルゴンが好ましい。温度及び圧力をこの条件で行う理由は、 $300^\circ C$

HIP法によりさらに焼結して切削工具用セラミック焼結体を製造するに当たり、

(a) 初期焼結を第1段階として温度 $300^\circ C$ までを、圧力 $1\times 10^{-1}\sim 1\times 10^{-3}$ mmHg、第2段階として不活性ガス中温度 $300\sim 800^\circ C$ 、圧力 $0\sim 100$ mmHgで行ない、

(b) さらに熱間静水圧中圧力 $600\sim 3000$ 気圧、上記第2段階の温度以下で焼結することにより達成される。

以下に本発明を詳細に説明するに、本発明方法では Al_2O_3 とTiNを主成分とする原料粉末を使用する。通常 Al_2O_3 は $60\sim 95$ 容量%、TiNは $5\sim 40$ 容量%使用され、これらの他にさらにTiC、WC、 Mo_2C 、TaCなどを $1\sim 20$ 容量%原料粉末中に含有していてもよい。またこれらの原料の他に、成形し易くするためにパラフィンなどのバインダーを $0.2\sim 5\%$ 含有させることもよい。次にこれらを含む原料粉末はプレスによって成形し初期焼結する。この際バインダーを含有している場合にはパラフィンキャッチャーを備えた真空炉で

以上ではTiNの分解が生じ、窒素ガスが真空中では生じるので、生じない程度に圧力をかけておくのである。第1、2段階より成る初期焼結では、表面層のみが焼結する段階で終了することが望ましく、内部の残留気孔量にはこだわらない。そのため通常第1段階には30分間第2段階には10分間かけて焼結される。

上記の初期焼結後は、公知の熱間静水圧炉中、 $600\sim 3000$ 気圧、初期焼結第2段階の温度以下で焼結する。この温度よりも高い温度により焼結すると、熱間静水圧炉における焼結中に粒成長を生じ、目的とする 2μ 以下の結晶粒径が得られない。

以上の本発明方法により製造したセラミック焼結体は結晶粒径が 2μ 以下、残留気孔が 0.2 容量%以下であり、切削工具用として十分な性能を有している。その原因は初期焼結を $300^\circ C$ を焼として、2段階に分け、第1段階でまずTiN、TiCの気孔中のガスを除去しておき、TiNの分解が生じる第2段階では少し圧力を加えて窒素ガスの発

1/24加入

生を抑えながら表面の開放気孔を閉塞させて表面層を緻密にしているため、残留気孔が少なくなり、さらにまた第2段階を拡散速度の大きい水素ガス中でなく拡散速度のやゝ小さい不活性ガスで行うので、結晶粒径が大きくなると考えられる。

以下に本発明を実施例により更に詳細に説明するが、本発明はその要旨を越えない限り以下の実施例により限定されるものではない。

実施例

純度99.9%平均粒径 0.3μ の α - Al_2O_3 粉末、N量21.7%平均粒径 1.2μ のTiN粉末、C量19.8%平均粒径 1.3μ のTiC粉末、C量6.2%平均粒径 0.6μ のWC粉末、およびC量5.8%平均粒径 1.8μ の Mo_2C 粉末を表1に記載の組成に配合し、配合原料500gをステンレス製ボール中に5kgの超硬合金ボール、500mlのアセトンと共に入れ40時間ボールミルした。そのアセトンを揮散させ、残った素地を焼結後 $13\times 13\times 5$ mmのチップ形状となるよう 2ton/cm^2 の圧力で成形した。成形したチップを真空炉に入れ次の条件で

初期焼結した。

(A) 1300°C まで圧力 $5\sim 10\times 10^{-3}$ mmHgで加温し、 1300°C で30分間保持した後、アルゴンガスを50mmHg導入し 1650°C まで加温し、 1650°C で30分間焼結した。

(B) 上記の(A)工程全体を圧力 $5\sim 10\times 10^{-3}$ mmHgで実施した。

(C) 上記の(A)工程全体を圧力5mmHgの水素ガス雰囲気中で実施した。

初期焼結後熱間静水圧炉中にチップを置き、 1550°C でアルゴンガスにより2000気圧の圧力をかけながら焼結した。得られた $13\times 13\times 5$ mmのチップをダイヤモンド砥石で全面研削し $2.7\times 2.7\times 4.8$ mm (BNP432)の形状とした。コーナー部の丸味は 0.4 mmとし、切刃全体に 0.07 mmのチャンファードを行なった。得られたチップを用いて、表2に示す条件で切削テストを行なった。比較として市販のアルミナセラミック工具(試料No.22)を用いて切削テストを行なった。結果を表3に示す。

※訂正

※字加入

表1および表3の結果より明らかなように本発明実施例はいずれも結晶粒径が 2μ 以下、残留気孔が0.2容量%以下であり、硬度、抗折力および切削テストの結果も優れている。これに対し本発明方法で焼結しなかった比較例は結晶粒径が 2μ よりも大きくなるか、又は残留気孔が0.2容量%よりも多くなりそれ故硬度、抗折力若しくは切削テストに劣る結果となった。

表

試料 No.	配 合 組 成					初期 焼結 方法	焼 結		体 性	能
	Al_2O_3	TiN	TiC	WC	Mo_2C	C	硬度 (HV)	気孔率 (容量%)	平均粒径 (μ)	抗折力 (kg/mm^2)
1	85	15					1960	0.04	0.9	92
2	86	7		7			1960	0.02	0.8	95
3	86	8	6				1980	0.10	0.9	90
4	75	15		5			1890	0.06	0.8	88
1/	85	15					1780	1.31	0.8	62
2/	85	15					1720	0.12	4.2	71
21/	99.9						1800	0.29	2.5	50
22/				9.5			1790	0.02	1.8	160
実施例										
比較例										

※1 セットプレス法により製造してある。

※2 真空焼結法により製造してある。

表 2

	実 験 I	実 験 II
被 削 材	鋳鉄 FC 20 100×100mmの 切削面をもつブ ロック	鋳鉄 FC 20 φ140×400mm の棒材
機 械	フライス盤	旋 盤
工 具 (ホルダー)	NLF06B 1刃で使用	
切削速度	177m/min	500m/min
切込み	1.0mm	1.0mm
送 り	0.3mm/1刃	0.3mm/rev
寿命の判定	欠損迄の切削回 数、データは10 回の平均	フランク摩耗 V _B = 0.4mmにな るまでの時間

表 3

	試料 No.	実 験 I (回)	実 験 II (分)
実 施 例	1	127	50
	2	129	59
	3	115	47
	4	110	48
比 較 例	11	33	38
	12	62	21
	21	43	40
	22	102	1未満

特許出願人 日本特殊陶業株式会社

代 理 人 弁理士 足 立 勉